

Rekayasa Sifat Termal Komposit Epoksi Berpengisi Nano Partikel Fe-Ni dengan Variabel Konsentrasi dan Temperatur *Curing*

Ichwan Rizkiyandi

Metalurgi, FT. UNTIRTA, Jl. Jenderal Sudirman Km 03 Cilegon, Banten 42435

ihwan.rizkiyandi@gmail.com

Abstrak

Epoxy is a type of thermosetting polymers that can be used as a coating material on the integrated circuit. The addition of nano particles on composites known can improve the thermal properties. The purpose of the study was to determine thermal properties Fe-Ni-epoxy as nanocomposite with variation filler composition and temperature curing. Characterization thermal of nanocomposite using DSC and TGA. The temperature glass transition (T_g) nanocomposite increase with the addition of nanoparticles Fe-Ni in epoxy. In this result, T_g optimum was $46,83^\circ\text{C}$ with composition filler 1% and temperature curing 90°C . T_d decreased by the presence of nanoparticles. T_d optimal is obtained at a 0.01% filler composition with the curing temperature 30°C with value of T_g $372,75^\circ\text{C}$. The observed found that the effect of temperature curing is relatively stable against thermal properties.

Kata kunci: Nanocomposite, nanoparticle Fe-Ni, temperature curing.

PENDAHULUAN

Integrated circuit merupakan elektronik sirkuit yang terdapat pada alat semikonduktor dan komponen pasif seperti resistor, tranformer dan kapasitor. *Integrated circuit* berada pada *circuit board* menyebabkan komponen ini dialiri listrik secara terus-menerus. Arus listrik berlebihan dapat menimbulkan panas di dalam komponen, sehingga komponen yang kecil seperti *integrated circuit* akan mudah rusak dan memiliki umur pengoperasian yang singkat jika timbul panas yang berlebihan. Temperatur maksimal yang dapat diterima oleh *integrated circuit* 50°C . Meminimalisir hal tersebut digunakan epoksi sebagai *hybrid integrated circuit*. Pemilihan bahan material baru dalam dunia industri semakin berkembang, salah satunya nanokomposit. Penggunaan nanokomposit pada bidang kesehatan, teknik dan komponen elektronik semakin meningkat, selain memiliki sifat yang diharapkan proses pembuatan nanokomposit relatif lebih mudah. Salah satunya pembuatan nanokomposit berbahan dasar polimer.

METODE PENELITIAN

Proses pembuatan sampel menggunakan epoksi yang dicampur dengan nano partikel Fe-Ni kemudian ditambahkan *hardener*. Adapun langkah percobaan sebagai berikut :

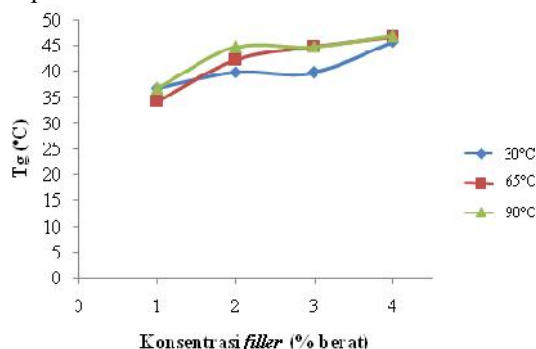
1. Menentukan geometri cetakan sampel yang disesuaikan dengan alat pengujian, kemudian membuat cetakan bahan kaca berdiameter 1,7 mm x tinggi 3 mm dengan bantuan alat pemotong kaca berupa intan dan perekat silikon.
2. Menimbang epoksi dan Fe-Ni nano partikel dengan komposisi 0,01%, 0,1% dan 1% berat di dalam *beaker glass* menggunakan neraca analitis.
3. Mencampur epoksi dengan nano partikel di dalam *beaker glass* 25 mL yang ditutup dengan aluminium *foil*.
4. Melakukan pencampuran Fe-Ni nano partikel dan polimer resin epoksi dengan alat *magnetic stirrer* selama 6 jam dalam temperatur kamar (30°C).
5. Melakukan sonikasi selama 90 menit dan temperatur media air dijaga dengan bantuan es agar tidak panas.
6. Menambahkan *hardener* untuk setiap sampel dengan perbandingan 2:1.
7. Melakukan proses pengadukan kembali dengan *magnetic stirrer* selama 5 menit.
8. Mencetak sampel ke dalam cetakan sampel untuk pembuatan spesimen.

9. Melakukan proses *curing* dengan variasi 30, 65, dan 90°C selama 90 menit.
10. Melepaskan spesimen dari cetakan
11. Melakukan pengujian termal DSC dan TGA.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Pengaruh *Filler* Nano Fe-Ni Terhadap Sifat Termal Epoksi

Penambahan nano partikel Fe-Ni pada matriks epoksi meningkatkan nilai dari temperatur gelas transisi (T_g). Peningkatan nilai T_g disebabkan oleh adanya nano partikel Fe-Ni dalam matriks epoksi yang membatasi gerak rantai molekul. Bertambahnya partikel nano Fe-Ni dalam matriks epoksi menyebabkan jumlah volum bebas dalam matriks epoksi semakin berkurang sehingga pergerakan molekul semakin terbatas. Ikatan silang (*crosslink*) yang efektif antara *hardener* dan komponen komposit epoksi yang menyebabkan struktur molekul rantai polimer yang terbentuk memiliki banyak percabangan. Efektifnya ikatan silang dan terbatasnya pergerakan molekul menyebabkan struktur dari komposit semakin kuat sehingga nilai T_g meningkat. Hal ini juga dijelaskan pada referensi bahwa meningkatnya T_g disebabkan kehadiran nanopartikel dalam matriks epoksi yang membatasi mobilitas rantai polimer.

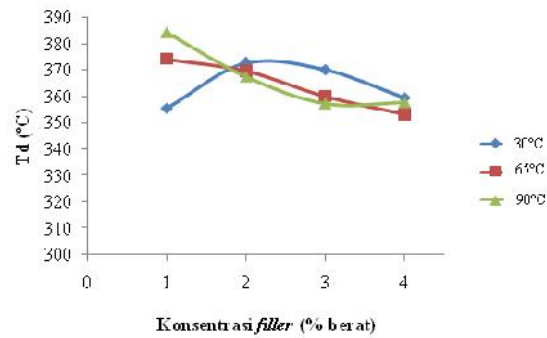


Gambar 1. pengaruh filler terhadap Tg

Epoksi merupakan polimer jenis termoset yang nonkristalin sehingga tidak memiliki T_m . Hal tersebut dapat dibuktikan tidak teridentifikasinya T_m pada *pristin* epoksi. Sampel dengan komposisi nano *filler* 0,1% berat dengan temperatur *curing* 30°C didapatkan nilai T_m sebesar 117,09°C. Pada sampel dengan temperatur *curing* 65°C terindikasi nilai T_m pada komposisi 0,1% dan 1% berat dengan masing-masing nilai T_m 113,98°C dan 122,36°C. Sampel nanokomposit dengan temperatur *curing* 90°C didapatkan nilai T_m sebesar 123,75°C pada komposisi *filler* 0,1% berat dan T_m sebesar 137,1°C pada komposisi *filler* 1% berat. T_m yang teridentifikasi oleh DSC disebabkan oleh *impurity* atau pengotor yang ada dalam matriks epoksi. *impurity* seperti air, *glycol* dan hidrogen aktif pada konsentrasi rendah secara signifikan mempengaruhi jalannya reaksi.

T_{cure} merupakan temperatur terjadinya proses pembentukan ikat silang (*crosslink*) yang tersisa atau *residual cure* akibat *curing* yang tidak sempurna antara *hardener* dan epoksi. T_{cure} ini akan terjadi sebelum nanokomposit epoksi mengalami degradasi. Tidak adanya *residual cure* atau T_{cure} menandakan reaksi *curing* terjadi sempurna. Pada sampel dengan temperatur *curing* 30°C, T_{cure} hanya terdapat pada *pristin* dan *filler* 1% berat dengan T_{cure} 170,63°C dan 167,76°C sedangkan pada *filler* 0,01 dan 0,1 % berat tidak terdapat *peak* T_{cure} pada hasil DSC. Pada sampel dengan temperatur *curing* 65°C hampir semua memiliki T_{cure} kecuali pada *filler* 1% berat. T_{cure} pada sampel ini cenderung meningkat seiring dengan penambahan *filler* pada matriks epoksi. Nilai T_{cure} terbesar yaitu pada *filler* 0,1% berat. Sampel dengan temperatur *curing* 90°C memiliki T_{cure} paling sedikit dibanding sampel lain yaitu pada sampel *pristin* epoksi dengan T_{cure} 170,15°C. Sampel dengan temperatur *curing* 90°C memiliki T_{cure} hanya pada *pristin* epoksi yang berarti proses pembentukan dengan temperatur *curing* 90°C menyebabkan proses pembentukan ikat silang (*crosslink*) terjadi secara menyeluruh dan tidak ada sisa untuk pembentukan ikat silang kembali.

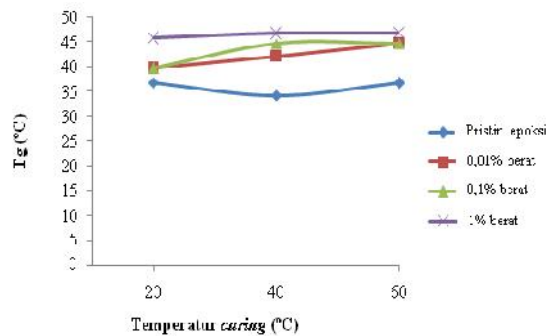
Polimer termoset memiliki densitas *crosslink* yang relatif besar menghasilkan temperatur degradasi yang relatif tinggi. Adanya nano partikel mempercepat transportasi termal komposit selama dekomposisi polimer yang mana akan meningkatkan volatilisasi komposit sehingga hal ini akan menurunkan stabilitas termal. Meningkatnya jumlah nano partikel Fe-Ni hingga 1% berat akan lebih mempercepat degradasi nano komposit sehingga menurunkan stabilitas termal dari nanokomposit. Adanya nano partikel dalam matriks epoksi akan menghambat pembentukan *crosslink* antara epoksi dan *hardener*. *crosslink* yang tidak efektif menyebabkan nanokomposit mudah terdegradasi, oleh karena itu energi yang dibutuhkan untuk memutuskan rantai *crosslink* rendah sehingga T_d menurun. Pada sampel *pristin* epoksi dengan temperatur *curing* 30°C memiliki nilai T_d yang paling rendah. Nilai degradasi yang rendah pada *pristin* epoksi terjadi akibat *moisture* yang terjebak dalam sampel sedangkan degradasi yang tinggi berkaitan dengan *crosslink* yang terjadi dalam sampel.



Gambar 2. Pengaruh filler terhadap Td

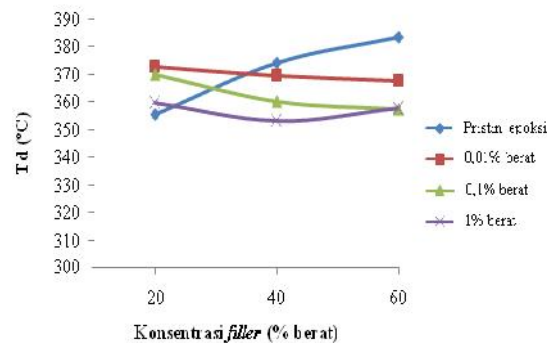
2. Pengaruh Temperatur Curing Terhadap Tg dan Td

Dilakukannya temperatur *curing* diharapkan mengurangi efek dari *moisture* yang mengakibatkan Tg menurun akibat efek plastisasi. Efek plastisasi terjadi karena proses *curing* antara matriks dan *hardener* tidak sempurna sehingga menurunkan ikatan silang yang terbentuk. Faktor yang menyebabkan Tg menurun seperti *Moisture* dan senyawa organik yang terdapat dalam matriks epoksi berkurang dengan dinaikannya temperatur *curing* sehingga ikatan silang yang terbentuk lebih efektif. Efek diberikannya Temperatur *curing* juga berpengaruh pada volum bebas yang terdapat pada daerah *interface* yang semakin sedikit. Grafik pada sampel filler 1% berat relatif stabil yang artinya pengaruh filler lebih besar dibanding temperatur *curing*. Penambahan jumlah nano filler dalam komposit akan menaikkan viskositas dan mempersingkat waktu gelasi dari campuran. Dilakukannya temperatur *curing* akan mencegah turunnya viskositas dari komposit dan nilai Tg akan naik menyebabkan ikatan silang lebih cepat terbentuk. Adapun penurunan Tg pada pristin epoksi dari temperatur *curing* 30°C ke temperatur *curing* 65°C, terjadi akibat kehadiran *nanolayer* yang mempengaruhi plastisasi epoksi resin yang menyebabkan Tg menurun.



Gambar 3. Pengaruh temperatur *curing* terhadap Tg

Naiknya temperatur *curing* akan mempercepat pembentukan proses *crosslink* antara epoksi dan *hardener*. hal ini menyebabkan semakin banyaknya ikatan *crosslink* yang terbentuk sehingga rantai polimer memiliki banyak percabangan. Oleh sebab itu dibutuhkan energi yang lebih besar untuk memutuskan rantai polimer tersebut akibatnya nilai Td mengalami kenaikan.



Gambar 4. Pengaruh temperatur *curing* terhadap Td

Pada sampel nanokomposit nilai Td mengalami penurunan saat diberikan temperatur *curing*, hal tersebut berkaitan dengan adanya *filler* nano partikel. Saat temperatur *curing* dinaikkan adanya nanopartikel menghasilkan stabilitas termal yang menurun dari resin epoksi, ini dapat dikaitkan terdissosiasinya rantai alkil setelah diberikan temperatur yang tinggi. Berdasarkan hal di tersebut rantai polimer yang terbentuk antara epoksi dan *hardener* pada nanokomposit lebih lemah dibandingkan pristin epoksi.

3. Stabilitas Termal Pada Pengujian Termogravimetry

Untuk mendapatkan data yang lebih akurat dari temperatur degradasi dilakukan pengujian TGA sebagai pembandingan pada hasil pengujian DSC.

Komposisi <i>filler</i> (%)	Temperatur <i>curing</i> (30°C)		Temperatur <i>curing</i> (90°C)	
	TGA	DSC	TGA	DSC
0	356,16	355,71	366,5	383,78
1	363,6	369,79	348,9	357,76

Pristin epoksi pada temperatur *curing* nilai Td 356,16°C dengan persen massa hilang 79,19% sedangkan pada temperatur *curing* 90°C nilai Td 366,5°C dengan persen massa hilang 74,20%. Pada sampel nanokomposit dengan temperatur *curing* 30°C nilai Td 363,6°C dengan persen massa hilang 81,16%. Untuk temperatur *curing* 90°C dengan persen massa hilang 77,96% nilai Td 348,9°C. Pristin epoksi-amina polimer terdegradasi pada temperatur antara 300 dan 400°C yang menghasilkan jenis grup alkil dari polimer organik dan senyawa karbon. Pada pengujian TGA dan DSC didapatkan nilai Td berkisar 300-400°C. Hasil dari pengujian TGA tidak mengalami perbedaan yang signifikan dengan hasil pengujian DSC. Pada pengujian DSC nilai Td ditentukan berdasarkan *peak* yang muncul secara eksotermis, sedangkan pada pengujian TGA nilai Td berdasarkan persen massa yang hilang pada sampel.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan didapat kesimpulan sebagai berikut :

1. Nilai Tg terbesar didapatkan pada sampel nanokomposit 1% dengan temperatur *curing* 90°C dengan nilai Tg 46,83°C. Adanya *filler* menurunkan Td pada nanokomposit dengan Td terendah terdapat pada *filler* 1% sebesar 353,16°C.
2. Dilakukannya temperatur *curing* 30, 65 dan 90°C pada nanokomposit relatif stabil terhadap nilai Tg sedangkan Td pada nanokomposit mengalami penurunan.
3. Nilai Tg dapat ditingkatkan hingga 46,83°C dengan cara menambahkan jumlah konsentrasi nano *filler* dalam matriks hingga 1%. Adapun temperatur *curing* yang digunakan 90°C

DAFTAR PUSTAKA

- Jedec standar. (2009). *Stress test driven qualification of integrated circuits*. Jedec solid state technology association. USA
- Herbirowo, Satrio. 2013. *Karakterisasi sifat kekerasan dan thermal dari epoksi nanokomposit berpengisi Fe-Ni nanopartikel dengan variasi fraksi berat serta waktu sonikasi*. FT-UNTIRTA:cilegon.
- Demon, Philippe. Barrau, Sophie.(2004).*Glass Transition Temperature Depression at the Percolation Threshold in Carbon Nanotube-Epoxy Resin and Polypyrrole-Epoxy Resin Composites*. France: Toulouse
- Rambe, Bakti, Arhsnsyah. (2011). *Analisa respon parking bumper komposit polymeric foam diperkuat serat tandan kosong kelapa sawit akibat beban tekan statik*. FT-USU.
- Zaikov, G.EB. valsaraj, S.V. Thomas, S. (2010). *Recent Advances in Polymer Nanocomposites: Synthesis and Characterisation*. Leiden: Boston.
- Sara, Lasfar. Abdelkhalek, ILatrach. Abdellah, Choukir. (2015). *Gravimetric, mechanical and chemical characterization of different material used in sewer system: Polyvinyl chloride (PVC), polypropylene (PP) and high density polyethylene (HDPE), aged in sulfuric acid at 60°C*. University hassan. Marocco
- Arshad, Azeem, M., Maaroufi1, A., Benavente, R., Pinto, G.(2014). *Kinetics of the Thermal Decomposition Mechanisms of Conducting and Non-conducting epoxy/Al Composites*. J. J.Mater. Environ. Sci. 5 (5) (2014) 1342-1354.
- Grassie, Norman. I Guy, Marylin. *Degradation of epoxy polimer: part 4 Thermal degradation of Bifphenol-A Dglycidyl Ether Cured ethylene Diamine*.Glasgow: Scotland.
- Chakradhar K.V.P, et al 2011. *Epoxy/Polyester Blend Nanocomposites: Effect of Nanoclay on Mechanical, Thermal and Morphological Properties*.Malaysian polymer journal Malaysia.

- Chen, Yuanzhi.(2009). *Synthesis of iron-nickel nanopartikel via a nonaqueous organometallic route*. Elsevier, lausanne, SWISS
- Kadlcak, Jakub.(2014).*Filler Dispersion and Rheology of Polymer*.tomas bata university:zlin.
- Rosu, Dan. Varganici, Cristian-Dragos. Rosu, Liliana dan Mocanu, Oana, Maria.2014.*Thermal Degradation of Thermosetting Blends*.Rumania
- DSC of polymer.*Differential Scanning Calorimetry: first and second order transitions in polymers*.
- Synthesis and Characterization of macromolekul. Chapter 12: *Thermogravimetry Analysis*
- Liu, Gang. Zhang, Hui. Zhang, Dai-jun.(2012).*On depression of glass transition temperature of epoxy nanocomposites*.Beijing: china
- Becker, Ole.Cheng, Yi-Bing.Varley, Russell.(2002).*Layered Silicate Nanocomposites based on various High-Functionality Epoxy Resins:The influence of Cure Temperature on Morphology,Mechanical Properties and Free Volume*.Victoria:Australia.
- Dorigato, A.Giusti, G.Bondioli, F(2013).*Electrically conductive epoxy nanocomposites containing carbonaceous fillers and in-situ generated silver nanoparticles*.Modena:Italia
- Paz abuin, Senen. Pazos, Mercedes. (1990). *Kinetic Effects on the Impurity in Epoxy-resin/m-Xylylenediamine Reaction*. La coruna: Spain
- Hirmizi, Mohd. Bakar,Abu.(2012).*Electrical and Thermal Behavior of copper-epoxy Nanocomposites prepared via Aqueous to Organic Phase Transfer Technique*.Malaysia.
- Zhu, Jiahua. Wei, Suying.(2010). *Magnetic Epoxy Resin Nanocomposites reinforced with core-shell Structured Fe@FeO Nanopartikel: Fabrication and Property Analysis*.Texas:USA
- Ingram, Sharon.Liggat, John.Pethrik, Richard.(2006).*Properties of epoxy nanoclay system based on diaminodiphenyl sulfone and diglycidyl ether of bisphenol F: influence of post cure and structure of amine and epoxy*.Glasgow: UK
- Afzal, Adeel.Siddiqi, Humaira.Iqbal, Naseer.Ahmad, Zahoor(2011).*The effect of silica SiO₂ filler content and its organic compatibility on thermal stability of epoxy resin*. Budapest: Hungaria